

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-010781

(43)Date of publication of application : 16.01.1998

(51)Int.Cl.

G03G 9/087

C08J 9/224

(21)Application number : 08-165571

(71)Applicant : HITACHI LTD

(22)Date of filing : 26.06.1996

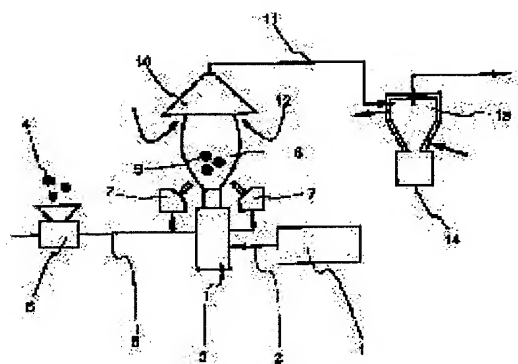
(72)Inventor : SATO TOSHIYA
HOSOYA AKIRA

(54) SURFACE TREATMENT OF THERMOPLASTIC RESIN PARTICLE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To improve or control a fluidity and electrification property of a toner and to improve a developing property and reliability of a developing system by immediately heating a mixture of thermoplastic particles and additives.

SOLUTION: A mixture of thermoplastic particles or toner particles and additives, namely, a sample 4 is carried from a quantitative supply device 5 through an inlet tube 6 with a specified amt. of pressurizing air and is sprayed into the hot air flow 8 through sample spray nozzles 7 disposed around a hot air spray nozzle 3. The sample particles 9 sprayed are immediately heated by the hot air at high temp, thereby changing the sample particles having an irregular shape into a spherical shape. Moreover, by subjecting the particles with additives depositing on the particle surfaces to instant surface heat treatment at one time, the additives are embedded in the particle surface and firmly deposit. Therefore, compared to a conventional pulverizing method or wet method, the fluidity and electrification property can be rapidly and precisely controlled, which improves the reliability and life of the toner.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the
examiner's decision of rejection or application
converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of
rejection][Date of requesting appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-10781

(43) 公開日 平成10年(1998) 1月16日

| (51) Int.Cl. ⁸ | 識別記号 | 序内整理番号 | F I | 技術表示箇所 |
|---------------------------|------|--------|---------------|--------|
| G 0 3 G 9/087 | | | G 0 3 G 9/08 | 3 8 1 |
| C 0 8 J 9/224 | CFD | | C 0 8 J 9/224 | CFD |

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平8-165571

(22) 出願日 平成 8 年(1996) 6 月26日

(71) 出願人 000005108

株式会社日立製作所

東京都千代田区神田駿河台四丁目 6 番地

(72) 発明者 佐藤 俊也

茨城県日立市大みか町七丁目 1 番 1 号 株

式会社日立製作所日立研究所内

(72) 発明者 細谷 明

茨城県日立市大みか町七丁目 1 番 1 号 株

式会社日立製作所日立研究所内

(74) 代理人 弁理士 小川 勝男

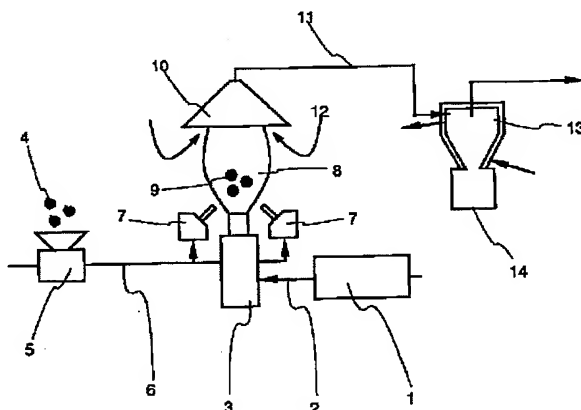
(54) 【発明の名称】 熱可塑性樹脂粒子の表面処理方法

(57) 【要約】

【課題】 トナーの流動性・帯電性を簡単に向上、あるいは制御し、現像特性、及び現像系の信頼性を向上させることのできるトナー粒子の表面処理方法を提供する。

【解決手段】 熱可塑性樹脂を含む所定の粒径範囲の粒子を作成する手段と、熱可塑性粒子と添加剤とを混合する手段と、熱可塑性樹脂の軟化温度 $S_p + 0^{\circ}\text{C} \sim +300^{\circ}\text{C}$ の温度範囲の雰囲気中で非接触で熱可塑性粒子と添加剤の混合物を瞬間加熱する手段と、加熱処理された混合物を冷却・捕集する手段を有する熱可塑性樹脂粒子の表面処理方法。

図 1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】熱可塑性樹脂を含む所定の粒径範囲の粒子を作成する手段と、前記熱可塑性粒子と添加剤とを混合する手段と、前記熱可塑性樹脂の軟化温度 $S_p + 0^\circ\text{C} \sim +300^\circ\text{C}$ の温度範囲の雰囲気中で非接触で前記熱可塑性粒子と前記添加剤の混合物を瞬間加熱する手段と、加熱処理された前記混合物を冷却・捕集する手段を有することを特徴とする熱可塑性樹脂粒子の表面処理方法。

【請求項 2】熱可塑性樹脂を含む所定の粒径範囲の粒子を作成する手段が、構成材料の混合・溶融混練・粉碎・分級の各工程からなる粉砕法による粒子作成手段である請求項 1 に記載の熱可塑性樹脂粒子の表面処理方法。

【請求項 3】熱可塑性樹脂を含む所定の粒径範囲の粒子を作成する手段が、構成材料を溶媒中に溶解した後懸濁造粒する湿式造粒法による粒子作成手段である請求項 1 に記載の熱可塑性樹脂粒子の表面処理方法。

【請求項 4】前記熱可塑性粒子と混合する添加剤が、着色能力を持つ物質、帯電制御能力を持つ物質、流動性の制御能力を持つ物質、磁力を持つ物質の 4 種の物質のうち少なくとも 1 種を含む請求項 1、2 または 3 に記載の熱可塑性樹脂粒子の表面処理方法。

【請求項 5】前記熱可塑性粒子中に着色能力を持つ物質、帯電制御能力を持つ物質、流動性の制御能力を持つ物質、磁力を持つ物質の 4 種の物質のうち少なくとも 1 種を含む請求項 1、2、3 または 4 に記載の熱可塑性樹脂粒子の表面処理方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、熱可塑性樹脂粒子の表面処理方法に係わり、特に高精細・高画質記録が可能な電子写真方式を用いた印写装置に用いる現像剤の製造法に関する。

【0002】

【従来の技術】電子写真方式の複写機及びプリンタの高画質化に対応するためにはトナーの小粒径化は必須である。樹脂、着色剤、帯電制御剤などの構成材料を混合・溶融混練した後、粉碎・分級して作成する従来の乾式粉砕法では、小粒径化に伴う、流動性の低下、帯電性の不均一化等の諸問題が発生する。これらの問題はトナー粒子中の各構成素材の分散状態に起因しており、従来の粉砕法ではこれ以上の均一分散性を実現することは、困難である。この課題を解決する手段として提案されているのがトナー粒子製造法は懸濁重合法などの湿式造粒法である。また、トナー粒子の表面に流動性・帯電性に影響する材料を乾式あるいは湿式で添加する方法も提案されている。

【0003】しかし、前者の湿式造粒法では重合・造粒時に用いられる界面活性剤、重合触媒などの不純物が造粒後のトナー中に残留して帯電制御などに悪影響を及ぼす。また、後者の添加法では従来の方法では溶媒除去・

回収による装置の大型化、あるいは添加剤の付着強度不足による脱離等の問題が新たに発生する。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、トナーの流動性・帯電性を簡単に向上、あるいは制御し、現像特性、及び現像系の信頼性を向上させることのできるトナー粒子の表面処理方法を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成する本発明の要旨は次の通りである。

【0006】(1) 熱可塑性樹脂を含む所定の粒径範囲の粒子を作成する手段と、前記熱可塑性粒子と添加剤とを混合する手段と、前記熱可塑性樹脂の軟化温度 $S_p + 0^\circ\text{C} \sim +300^\circ\text{C}$ の温度範囲の雰囲気中で非接触で前記熱可塑性粒子と前記添加剤の混合物を瞬間加熱する手段と、加熱処理された前記混合物を冷却・捕集する手段を有する熱可塑性樹脂粒子の表面処理方法。

【0007】(2) 少なくとも熱可塑性樹脂からなる所定の粒径範囲の粒子を作成する手段が、構成材料の混合・溶融混練・粉碎・分級の各工程からなる粉砕法による粒子作成手段である熱可塑性樹脂粒子の表面処理方法。

【0008】(3) 少なくとも熱可塑性樹脂からなる所定の粒径範囲の粒子を作成する手段が、構成材料を溶媒中に溶解した後懸濁造粒する湿式造粒法による粒子作成手段である熱可塑性樹脂粒子の表面処理方法。

【0009】(4) 熱可塑性粒子と混合する添加剤が、着色能力を持つ物質、帯電制御能力を持つ物質、流動性の制御能力を持つ物質、磁力を持つ物質の 4 種の物質のうち少なくとも 1 種を含む熱可塑性樹脂粒子の表面処理方法。

【0010】(5) 熱可塑性粒子中に着色能力を持つ物質、帯電制御能力を持つ物質、流動性の制御能力を持つ物質、磁力を持つ物質の 4 種の物質のうち少なくとも 1 種を含む熱可塑性樹脂粒子の表面処理方法。

【0011】本発明は、上記目的を達成するため、熱可塑性樹脂粒子あるいはトナー粒子表面を瞬間的に高温雰囲気中に曝すことによりトナー粒子表面を一旦溶融させ、その表面張力により、冷却時に形状を球形化する。さらにその際流動化剤、着色剤、帯電制御剤などを添加することにより、それら添加剤を熱可塑性樹脂粒子あるいはトナー粒子表面に均一に強固に付着させる。

【0012】従って、従来の粉砕法・湿式法などと比較してより迅速に、細かな流動性・帯電性の制御が可能となり、トナーの信頼性、寿命の向上ができる。

【0013】これは、本発明による表面処理方法は添加剤を熱可塑性樹脂粒子あるいはトナー粒子を製造してから後処理で添加し、かつ容易にトナー形状、添加剤量、分布の制御が可能であり、さらに外添処理の際、熱処理を施すため添加剤のトナー粒子表面への付着力が従来の方法よりも大きくできる。

【0014】上記したそれぞれの手段、すなわち少なくとも熱可塑性樹脂からなる所定の粒径範囲の粒子を作成する手段と、前記熱可塑性粒子と添加剤とを混合する手段は、特別な手段を用いる必要はない。

【0015】少なくとも熱可塑性樹脂からなる所定の粒径範囲の粒子を作成する手段は、従来、トナー粒子の製造方法として用いられている乾式粉碎法・湿式造粒法などが利用できる。乾式粉碎法とは、トナー粒子を構成する素材を混合し、熔融混練した後、粉碎・分級してトナー粒子を得る方法であり、現在最も一般的なトナー粒子製造方法である。また、湿式造粒法は、懸濁重合法や乳化重合法などの重合工程を含むものであってもよく、懸濁造粒法などの重合工程を含まない造粒法であってもよい。このほか、ソープフリー乳化重合法、マイクロカプセル法、非水分散重合法等を用いてもよい。

【0016】このような方法で製造される熱可塑性樹脂粒子あるいはトナー粒子の平均粒径は、1～15 μm 、特に2～10 μm であることが好ましい。熱可塑性樹脂粒子あるいはトナー粒子の粒径がこれより小さいと紙上の隠蔽力を得ることができず、また、この範囲よりも大きいと画像が粗くなり、高精細が得られなくなる。さらに、上記各種の方法のうち、湿式法にて得られた熱可塑性樹脂粒子あるいはトナー粒子は公知の乾燥装置により乾燥される。

【0017】また、前記熱可塑性粒子あるいはトナー粒子と添加剤とを混合する手段は、従来、トナー粒子の表面外添方法として用いられている、ターブラシェイカミキサ、ヘンシェルミキサ、Vブレンダーなどを用いた混合方法を利用できる。

【0018】本発明により処理できる熱可塑性樹脂粒子あるいはトナー粒子を構成する熱可塑性樹脂は、通常トナー粒子においてバインダとして汎用されているものであれば特に限定されない。例えば、ポリスチレン、ポリ-p-クロルスチレン、ポリビニルトルエンなどのスチレンおよびその置換体の単重合体、スチレン-p-クロルスチレン共重合体、スチレン-プロピレン共重合体、スチレン-ビニルトルエン共重合体、スチレン-ビニルナフタレン共重合体、スチレン-アクリル酸メチル共重合体、スチレン-アクリル酸エチル共重合体、スチレン-アクリル酸ブチル共重合体、スチレン-メタアクリル酸メチル共重合体、スチレン-メタアクリル酸エチル共重合体、スチレン-メタアクリル酸ブチル共重合体、スチレン- α -クロロメタアクリル酸メチル共重合体、スチレン-アクリロニトリル共重合体、スチレン-ビニルメチルエーテル共重合体、スチレン-ビニルメチルケトン共重合体、スチレン-ブタジエン共重合体、スチレン-イソプレン共重合体、スチレン-アクリロニトリル-インデン共重合体などのスチレン系共重合体、ポリ塩化ビニル、ポリ酢酸ビニル、ポリエチレン、ポリプロピレン、シリコン樹脂、ポリエステル樹脂、ポリウレタン

樹脂、ポリアミド樹脂、エポキシ樹脂、ポリビニルブチラール、ロジン変性レジン、テルペン樹脂、フェノール樹脂、キシレン樹脂、脂肪族又は脂環族炭化水素樹脂、芳香族系石油樹脂、塩素化パラフィン、パラフィンワックス等が単独または複数種が用いられる。

【0019】さらに、本発明により処理できる熱可塑性樹脂粒子あるいはトナー粒子を構成する着色剤、あるいは前記粒子を作成した後混合する着色剤は、通常トナー粒子において発色能力を司る物質として添加される着色剤として汎用されているものであれば特に限定されない。例えば、C.I.ダイレクトブラック19、C.I.ダイレクトブラック154、C.I.フードブラック2、C.I.アシッドイエロー23、C.I.アシッドレッド87、C.I.アシッドレッド35、C.I.アシッドブルー9、C.I.ダイレクトブルー86等、従来よりインクジェット用インクの着色剤として良く用いられてきた着色剤の他、カーボンブラック、ニグロシン染料等の他に、アゾ系染料（例えばC.I.ソルベントイエロー2、14、16、19、60、C.I.ソルベントレッド3、8、24、27）、アントラキノン系染料、インジゴ染料、フタロシアニン系染料、キサントゲン系染料（例えばC.I.ソルベントレッド48、49）等の染料、アゾ系顔量（例えばC.I.ピグメントイエロー12、C.I.ピグメントレッド48、81、C.I.ピグメントグリーン4）、ベンズイミダゾロン系顔量（例えばC.I.ピグメントレッド185）、キナクリドン系顔量（例えばC.I.ピグメントレッド122、207、209）、フタロシアニン系顔量（例えばC.I.ピグメントブルー15、C.I.ピグメントグリーン7）、イソインドリノン系顔量（例えばC.I.ピグメントイエロー109、173）、イソインドリン系顔量（例えばC.I.ピグメントイエロー139）、ジオキサジン系顔量（例えばC.I.ピグメントバイオレット23）、アントラキノン系顔量（例えばC.I.ピグメントイエロー108、C.I.ピグメントレッド177、C.I.ピグメントブルー6）、ペリレン系顔量（例えばC.I.ピグメントレッド178）、ペリノン系顔量（例えばC.I.ピグメントオレンジ43）、チオインジゴ系顔量（例えばC.I.ピグメントバイオレット38）、キノフタロン系顔量（例えばC.I.ピグメントイエロー133）、金属錯体系顔量（例えばC.I.ピグメントイエロー153）等の有機系顔量、および酸化チタン、カーボンブラック、モリブデンレッド、クロムイエロー、チタンイエロー、酸化クロム、ベルリンブルー等の無機系顔量、およびアルミニウム粉等の金属粉など公知の染料、顔料を着色剤として用いることができる。

【0020】さらに、本発明により処理できる熱可塑性樹脂粒子あるいはトナー粒子を構成する帯電制御剤、あるいは粒子を作成した後混合する帯電制御剤は、通常トナー粒子において帯電能力を司る物質として添加される

帯電制御剤として汎用されているものであれば特に限定されない。また、帯電極性は正、負のどちらであってもよくその添加量は、トナーの種類、添加剤、バインダの種類により、また、トナーの現像方式などにより適宜選択される。その帯電制御剤は、例えば、負帯電用はアルキルサリチル酸の金属錯体、ジカルボン酸の金属錯体、多環体サリチル酸金属塩、アゾ系金属染料、塩素化パラフィン、塩素化ポリエステル等が挙げられる。また、正帯電用はニグロシン系染料、脂肪族金属塩、第4級アンモニウム塩、ベンゾチアゾール誘導体、グアナミン誘導体、ジブチルチンオキサイド等が挙げられる。これらの帯電制御剤は、単独または2種以上の混合物として用いられる。

【0021】さらに、本発明により処理できる熱可塑性樹脂粒子あるいはトナー粒子を構成する流動性の制御能力を持つ物質、あるいは前記粒子を作成した後混合する流動性の制御能力を持つ物質は、通常トナー粒子において流動性能を司る物質として汎用されているものであれば特に限定されない。例えば、シリカ、酸化アルミニウム、酸化チタン、フッ化マグネシウム等の流動化剤、炭化ケイ素、炭化ホウ素、炭化チタン、炭化ジルコニウムなどの特に疎水化処理した非磁性無機微粒子、スチレン系（メタ）アクリル系、テフロン、シリコン、ポリエチレン、ポリプロピレン等の各種有機微粒子を用いてもよい。

【0022】さらに、本発明により処理できる熱可塑性樹脂粒子あるいはトナー粒子を構成する磁力を持つ物質、あるいは粒子を作成した後混合する磁力を持つ物質は、通常トナー粒子において磁力を司る物質として汎用されているものであれば特に限定されない。例えば、鉄、マンガン、ニッケル、コバルト等の金属粉末や、鉄、マンガン、ニッケル、コバルト、亜鉛等のフェライト等がある。粉体の平均粒径は1 μm 以下、特に好ましくは0.6 μm 以下が好ましい。

【0023】さらに、本発明により処理できる熱可塑性樹脂粒子あるいはトナー粒子中にはその他の添加剤、例えば、定着性向上のためにオフセット防止剤を添加してもよい。

【0024】次に所定の粒径範囲に造粒された熱可塑性樹脂粒子あるいはトナー粒子は加熱された気流中に噴出させて瞬間表面加熱処理を施す。加熱された気流の温度は通常粒子の軟化温度 $S_p + 0^\circ\text{C} \sim +300^\circ\text{C}$ の範囲であり、粒子中の構成物質が分解しない温度に設定することが好ましい。さらに熱可塑性樹脂粒子あるいはトナー粒子を湿式造粒法にて製造した場合には、粒子中に残留する界面活性剤、重合開始剤などの不純物の分解温度以上に設定することが好ましい。また、瞬間表面加熱処理の好適条件は熱可塑性樹脂粒子あるいはトナー粒子の粒径によっても異なり、平均粒径が小さくなるほど処理温度を低下させる必要がある。

【0025】このような瞬間表面加熱処理を行うことにより、熱可塑性樹脂粒子あるいはトナー粒子の表面が瞬間的に熔融し、不定形であった粒子の形状が球形化される。また、同時に粒子表面にした着色能力を持つ物質、帯電制御能力を持つ物質、流動性の制御能力を持つ物質、磁力を持つ物質等の添加剤が付着した状態で瞬間表面加熱処理を施すことにより、添加剤が粒子表面上に埋め込まれ強固に付着する。また、この瞬間表面加熱処理の処理温度、及び粒子あるいは粒子と添加物の混合物の熱気流中への供給量を調整、制御することにより、粒子の球形化の度合い、あるいは添加剤の埋め込みの度合い、強度を制御することができる。なお、これら瞬間表面加熱処理の条件は、粒子の粒径、粒度分布、比重、粒子構成物質の熱的特性により適宜選択されるのは当然である。

【0026】瞬間表面加熱処理された熱可塑性樹脂粒子あるいはトナー粒子は、冷却されることが好ましい。冷却することにより、装置内壁への粒子の付着、粒子同士の凝集が発生しにくくなり、処理後の収率が向上する。瞬間表面加熱処理時に単一粒子として均一に処理されている場合でも、冷却処理を行わないと熱凝集が発生する。この冷却処理の温度は粒子の粒径、粒度分布、比重、粒子構成物質の熱的特性により適宜選択されるが、具体的には熱可塑性樹脂粒子あるいはトナー粒子の温度を粒子のガラス転移温度以下にする必要がある。

【0027】次に、本発明における瞬間表面加熱処理及び冷却処理について図1を用いて具体的に説明する。なお、本発明におけるこれらの処理方法は図1に示す処理方法に限定されるものではなく、同様の処理条件を満たすものであれば他の方式、装置を用いてもよい。

【0028】熱風発生装置1で調整された高温高压エアは導入管2を経て熱風噴射ノズル3より噴射される。一方、熱可塑性粒子あるいはトナー粒子と添加剤の混合物、即ち試料4は定量供給装置5より所定量の加圧エアにより導入管6を経て搬送され、熱風噴射ノズルの周囲に設けられた試料噴射ノズル7より熱気流中8に噴射される。噴射された試料粒子9は高温の熱風により瞬間的に加熱される。このように瞬間表面加熱されることにより不定形であった試料粒子の形状が球形化される。また、同時に粒子表面に添加剤が付着した状態で瞬間表面加熱処理を施すことにより、添加剤が粒子表面上に埋め込まれ強固に付着する。

【0029】次いで、瞬間表面加熱処理された試料粒子は直ちに試料導入フード10より導入管11中に導入される。その際、外気12、即ち冷却風と共に導入されるため、試料粒子の温度は前記したようにガラス転移温度以下まで冷却される。次に試料粒子は導入管を経てサイクロン13により捕集され、捕集瓶にたまる。トナーが捕集された後の搬送エアはさらに図示されていないバグフィルターを通過して微粉を除去した後、やはり図示

されていないブローアを経て大気放出される。本発明の表面処理方法は、熱可塑性樹脂粒子あるいはトナー粒子表面を瞬間的に高温雰囲気中に曝すことによりトナー粒子表面を一旦熔融させ、その表面張力により、冷却時に形状を球形化し、さらにその際流動化剤、着色剤、帯電制御剤などを添加することにより、それら添加剤を熱可塑性樹脂粒子あるいはトナー粒子表面に均一に強固に付着させることができる。

【0030】従って、従来の粉碎法・湿式法などと比較してより迅速に、細かな流動性・帯電性の制御が可能となり、トナーの信頼性、寿命の向上が達成できる。

【0031】これは、本発明による表面処理方法は添加剤を熱可塑性樹脂粒子あるいはトナー粒子を製造してから後処理で添加し、かつ容易にトナー形状、添加剤量、分布の制御が可能であり、さらに外添処理の際、熱処理を施すため添加剤のトナー粒子表面への付着力が従来の

ビスフェノールポリエステル樹脂 100重量部
($M_w = 12,000$, $M_w/M_n = 8.9$, $T_g = 56^\circ\text{C}$, $T_m = 100^\circ\text{C}$)
C.I.ピグメントブルー15 5.0重量部
C.I.ピグメントグリーン7 1.0重量部
ホウ素錯体 4.0重量部
低分子量ポリプロピレン 5.0重量部

上記トナー組成物を従来の粉碎法によるトナー製造方法にしたがって予備混合、熔融混練、粗粉碎、微粉碎したものを分級機で分級しトナーを作成した。このトナーの軟化温度は 100°C であり、平均粒子径が $7.3\mu\text{m}$ となった。

【0034】(実施例1) 比較例1にて得られたトナー粒子を図1に示す瞬間表面加熱処理及び冷却処理を用い

表 1

| | 処理温度 ($^\circ\text{C}$) | かさ密度 (g/cc) | 平均粒径 (μm) | 重量帯電量 ($\mu\text{C/g}$) | フィルミン グテスト | 実印字 |
|------|------------------------------|---------------------------|---------------------------|------------------------------|---------------|-----|
| 比較例1 | — | 0.28 | 7.3 | 6 | × | × |
| 実施例1 | 50 | 0.28 | 7.3 | 7 | × | △ |
| | 100 | 0.31 | 7.3 | 10 | △ | ○ |
| | 200 | 0.32 | 7.2 | 13 | ○ | ○ |
| | 300 | 0.33 | 7.1 | 15 | ○ | ○ |
| | 400 | 0.34 | 7.0 | 18 | ○ | ○ |
| | 450 | — | — | — | — | — |

【0037】表1を見ると粉碎法で得られた比較例1のトナーは流動性が低く、そのため重量帯電量も低い値を示した。さらに、フィルミングテストでもブレード、現像ロール双方にトナーが融着(フィルミング)した。また、重量帯電量が低い値を示すことより、実印字においてもかぶりが多く発生してしまった。

【0038】一方、瞬間表面加熱処理を施した実施例のトナーでは、処理温度が 50°C の場合は熱処理の効果が現れず、未処理の比較例のトナーとほぼ同じ結果を示したが、 $100^\circ\text{C} \sim 400^\circ\text{C}$ では処理温度の上昇と共に流

方法よりも大きくできるためである。

【0032】

【発明の実施の形態】以下、本発明を実施例に基づきさらに具体的に説明する。なお、以下の実施例、比較例におけるトナー試料の評価法は、かさ密度、平均粒径、重量帯電量、及びフィルミングテストである。重量帯電量及びフィルミングテストは図2に示す非磁性1成分現像機を用いた。重量帯電量は現像ロール上のトナーの帯電量と付着重量を測定して求めた。さらに、フィルミングテストは現像機中にトナーを充填して空運転させ、24時間後の現像ロール、ブレード上のトナーフィルミングの有無を目視で観察した。さらに実印字テストは、図2に示した現像機が搭載できる図3に示すカラープリンタを用いて行った。

【0033】(比較例1)

て、 50°C 、 100°C 、 200°C 、 300°C 、 400°C 、 450°C の熱気流中で各々瞬間表面処理してトナー粒子を得た。

【0035】以上の比較例1及び実施例1で得られたトナー粒子の物性及び評価結果を表1に示した。

【0036】

【表1】

動性が向上し、その結果重量帯電量も向上した。従って、実印字においても良好な、高画質画像が得られた。さらに流動性が向上したため、フィルミングテストにおいてもトナーの融着は観察されなかった。なお、処理温度が 450°C の場合は瞬間表面加熱処理を行う際に、熱気流中でトナー粒子同士が融着してしまい、捕集できなかった。

【0039】このように粉碎のみの不定形な形のトナー粒子では流動性が小さいため、非磁性1成分トナーとして用いる際に、十分な重量帯電量が得られない、さらに

はブレード、現像ロールにおいてトナーの融着（フィルミング）が発生してしまう。さらに、そのトナー粒子を本発明による瞬間表面加熱処理を施すことにより、粒子形状を球形化し、流動性を向上できるため、十分な重量

ビスフェノールポリエステル樹脂 100重量部

($M_w=12,000$, $M_w/M_n=8.9$, $T_g=56^\circ\text{C}$, $T_m=100^\circ\text{C}$)

低分子量ポリプロピレン 5.0重量部

上記組成物を実施例1と同様の従来の粉碎法によるトナー製造方法にしたがって予備混合、熔融混練、粗粉碎、微粉碎したものを分級機で分級し樹脂粒子を作成した。この樹脂粒子の軟化温度は 100°C であり、平均粒子径が $7.2\mu\text{m}$ となった。

【0041】さらにこの樹脂粒子と下に示した添加組成物をヘンシェルミキサで室温で 10000rpm にて5分

C.I.ピグメントブルー15 5.0重量部

C.I.ピグメントグリーン7 1.0重量部

ホウ素錯体 4.0重量部

実施例2で得られたトナー粒子の物性及び評価結果を表2に示した。

帯電量が得られ、かつトナーのフィルミング発生も抑えることができた。

【0040】（実施例2）

間混合し、トナー粒子混合物を得た。さらにそのトナー粒子混合物を図1に示す瞬間表面加熱処理及び冷却処理を用いて、実施例1と同様に 50°C 、 100°C 、 200°C 、 300°C 、 400°C 、 450°C の熱気流中で各々瞬間表面処理してトナー粒子を得た。

【0042】

【0043】

【表2】

表 2

| | 処理温度 ($^\circ\text{C}$) | かさ密度 (g/cc) | 平均粒径 (μm) | 重量帯電量 ($\mu\text{C/g}$) | フィルミン グテスト | 実印字 |
|------|------------------------------|---------------------------|---------------------------|------------------------------|---------------|-----|
| 実施例2 | 50 | 0.28 | 7.3 | 7 | × | × |
| | 100 | 0.30 | 7.3 | 9 | ○ | △ |
| | 200 | 0.32 | 7.3 | 10 | ○ | ○ |
| | 300 | 0.33 | 7.2 | 13 | ○ | ○ |
| | 400 | 0.34 | 7.1 | 15 | ○ | ○ |
| | 450 | — | — | — | — | — |

【0044】表2から、処理温度が 50°C の場合は添加組成物が樹脂粒子に十分固定化されていないため、さらには粒子自身の形状が不定形な粉碎粒子のままであるため、流動性は低いままであり、その結果、重量帯電量も低く実印字においてもかぶりが多く発生し、良好な画像が得られなかった。

【0045】処理温度が 100°C ～ 400°C では処理温度の上昇と共に粒子自身の形状もより球形化し、かつ添加組成物の樹脂粒子への固定化もより強固になり、流動

スチレンモノマ 90重量部

n-ブチルメタクリレート 10重量部

低分子量ポリプロピレン 5.0重量部

上記の重合性単量体組成物をホモミキサで分散混合して単量体組成物を調整した。その後、2%ポリビニルアルコール水溶液 400ml 中に上記単量体組成物 112g に対してアゾビスイソブチルニトリル 1.56g を溶解させ上記単量体組成物を加えた。その後、フラスコ内の温度を 70°C として8時間重合反応させた。

【0047】重合終了後室温まで冷却し、一晩放置後ろ過、乾燥を行い樹脂粒子を得た。この樹脂粒子の軟化温

性・帯電性が向上した。その結果、実印字においても処理温度が 100°C の場合でわずかなかぶりの発生が観察できたものの、それ以外は良好な画像を得ることができた。さらにフィルミングの発生もなかった。なお、処理温度が 450°C の場合は瞬間表面加熱処理を行う際に、熱気流中でトナー粒子同士が融着してしまい、捕集できなかった。

【0046】（実施例3）

度は 98°C であり、コールターカウンタで粒子径を測定したところ、平均粒子径が $7.5\mu\text{m}$ となった。

【0048】さらにこの樹脂粒子と下に示した添加組成物を実施例2と同様にヘンシェルミキサにて室温で 10000rpm で5分間混合し、トナー粒子混合物を得た。さらにそのトナー粒子混合物を図1に示す瞬間表面加熱処理及び冷却処理を用いて、実施例1と同様に 50°C 、 100°C 、 200°C 、 300°C 、 400°C 、 450°C の

熱気流中で各々瞬間表面処理してトナー粒子を得た。

【0049】

| | |
|----------------|--------|
| C.I.ピグメントブルー15 | 5.0重量部 |
| C.I.ピグメントグリーン7 | 1.0重量部 |
| ハウ素錯体 | 4.0重量部 |

実施例3で得られたトナー粒子の物性及び評価結果を表3に示した。

【0050】

【表3】

表 3

| | 処理温度 (℃) | かさ密度 (g/cc) | 平均粒径 (μm) | 重量帯電量 ($\mu\text{C/g}$) | フィルミン グテスト | 実印字 |
|------|-------------|----------------|---------------------------|------------------------------|---------------|----------|
| 実施例3 | 50 | 0.30 | 7.5 | 7 | Δ | Δ |
| | 100 | 0.32 | 7.5 | 10 | Δ | ○ |
| | 200 | 0.32 | 7.5 | 13 | ○ | ○ |
| | 300 | 0.33 | 7.5 | 15 | ○ | ○ |
| | 400 | 0.32 | 7.5 | 15 | ○ | ○ |
| | 450 | — | — | — | — | — |

【0051】表3から、実施例2と同様に処理温度が50℃の場合は添加組成物が樹脂粒子に十分固定化されていないため、流動性は低いままであり、その結果、重量帯電量も低く実印字においてもかぶりが多く発生し、良好な画像が得られなかった。処理温度が100℃～400℃では処理温度の上昇と共に添加組成物の樹脂粒子への固定化もより強固になり、流動性・帯電性が向上した。その結果、実印字においても処理温度が100℃の場合でわずかなかぶりの発生が観察できたものの、それ以外は良好な画像を得ることができた。さらにフィルミン

20

グの発生もなかった。なお、処理温度が450℃の場合は瞬間表面加熱処理を行う際に、熱気流中でトナー粒子同士が融着してしまい、捕集できなかった。

【0052】

【発明の効果】本発明の、少なくとも熱可塑性樹脂からなる所定の粒径範囲の粒子を作成する手段と、熱可塑性粒子と添加剤とを混合する手段と、熱可塑性樹脂の軟化温度 $S_p+0^\circ\text{C}\sim+300^\circ\text{C}$ の温度範囲の雰囲気中で非接触で熱可塑性粒子と添加剤の混合物を瞬間加熱する手段と、加熱処理された混合物を冷却・捕集する手段を有する表面処理方法を用いて、熱可塑性樹脂粒子あるいはトナー粒子表面を瞬間的に高温雰囲気中に曝すことによ

30

りトナー粒子表面を一旦熔融させ、その表面張力により、冷却時に形状を球形化することができる。さらにその際流動化剤、着色剤、帯電制御剤などを添加することにより、それら添加剤を熱可塑性樹脂粒子あるいはトナー粒子表面に均一に強固に付着させることができる。

【0053】従って、従来の粉碎法・湿式法などと比較してより迅速に、細かな流動性・帯電性の制御が可能となり、トナーの信頼性、寿命の向上が達成できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明における瞬間表面加熱処理装置のブロック図。

【図2】本発明により得られたトナー粒子の評価に用いた非磁性1成分顕像機の説明図。

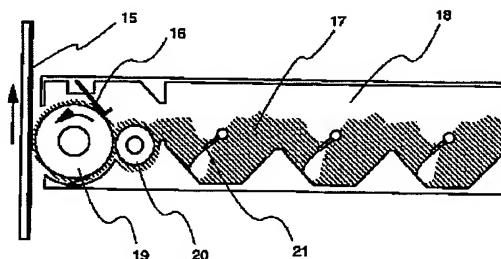
【図3】本発明により得られたトナー粒子の評価に用いたカラープリンタの説明図。

【符号の説明】

1…熱風発生装置、2…導入管、3…熱風噴射ノズル、4…試料、5…定量供給装置、6…導入管、7…試料噴射ノズル、8…熱気流、9…試料粒子、10…試料導入フード、11…導入管、12…外気、13…サイクロン、14…捕集瓶。

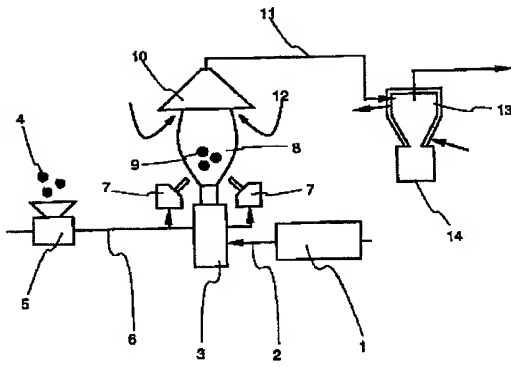
【図2】

図 2



【図1】

図 1



【図3】

図 3

